

اثر پیری تحت نیرو بر سیم‌های ارتودنسی برای تغییر کاربری آنها به

تقویت‌کننده‌های کامپوزیت فلز / پلیمر هوشمند

ناهید حسن‌زاده نعمتی^{۱*}، سید خطیب‌الاسلام صدرنژاد^۲ و شایگان ریاضتی^۴

^۱دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات تهران، دانشکده مهندسی پزشکی

^۲دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی و علم مواد

^۳پژوهشگاه مواد و انرژی

^۴دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران جنوب، دانشکده مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۹/۸، تاریخ دریافت نسخه اصلاح‌شده: ۱۳۸۸/۴/۲۱، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۷/۲۸

چکیده در این مقاله نتایج آخرین تحقیقات برای تغییر کاربری سیم‌های ارتودنسی NiTi مستعمل به سیم‌های حافظه‌دار از طریق آنیل کردن و پیرسازی به منظور استفاده در کامپوزیت‌های هوشمند ارائه شده است. دماهای تغییرحالت قبل و بعد از آنیل انحلالی یک ساعته در ۸۵۰ و ۱۰۰۰°C با دو روش سنجش مقاومت الکتریکی (ER) و کالریمتری روبشی تفریقی (DSC) تعیین شده است. هماهنگی نتایج، صحت شیوه تعیین دماهای تغییر حالت با این دستگاه‌ها که یکی‌شان (ER) ساخت داخل است را تأیید می‌کند. اندازه‌گیری حافظه ترموالاستیک نشان می‌دهد که پیرسازی باعث دوطرفه‌شدن آلیاژ سوپراستیک و در نتیجه امکان شکل‌گیری مناسب آلیاژ در دماهای مختلف می‌شود. از این خاصیت می‌توان برای ساخت عملگرهای ماهیچه‌های مصنوعی بهره‌برداری کرد.

کلمات کلیدی پیری تحت نیرو، حافظه داری دو طرفه، مقاومت الکتریکی، سیم‌های ارتودنسی، ماهیچه مصنوعی.

Effect of Constrained Ageing on Orthodontic Wires for Changing Their Control to Reinforcements in Smart Metal/Polymer Composite

N. Nemati^{*1}, S.K. Sadrnezhad^{2,3} and Sh. Riazati⁴

¹Department of Biomedical Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University

²Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology

³Materials and Energy Research Center

⁴Department of Materials Engineering, South Tehran Branch, Islamic Azad University

Abstract In this paper, the results of recent studies on conversion of the orthodontic wires into the shape memory alloys usable in smart composite materials via annealing and constrained ageing are presented. Electrical resistivity of the NiTi orthodontic wires have been measured before and after annealing at 850 and 1000 °C for 1hr. Comparable results obtained by the differential scanning calorimeter (DSC) and the electrical resistivity measurements indicated reliability of both methods and the ECR machine constructed during this research. Based on the experimental results, the constrained ageing resulted in appearance of two-way shape memory behavior which allowed the recovery of appropriate shapes at different temperatures applied to the alloy. This property could be used in manufacturing of the medical actuators.

Keywords Constrained Ageing; Two-Way Shape Memory Effect; Electrical Resistivity; Orthodontic Wire; Artificial Muscle.

*عهده‌دار مکاتبات

نشانی: تهران، خیابان سردار جنگل، خیابان گلزار یکم، دانشکده مهندسی پزشکی.

تلفن: ۰۲۱-۴۴۴۷۴۳۲۱-۴، دورنگار: ۰۲۱-۴۴۴۷۴۳۱۹، پیام نگار: Hasanzadeh@srbiau.ac.ir

۱- مقدمه

می‌شود. در ایران قیمت سیم ارتودنسی از سیم حافظه‌دار کمتر است، لذا می‌توان با اعمال عملیات حرارتی مناسب، سیم‌های سوپرالاستیک مستعمل را به حافظه‌دار با ارزش بیشتر تبدیل کرد. سیم‌های حافظه‌دار بازیابی شده، به دلیل زبری ناشی از خوردگی حفره‌ای، اتصال خوبی با زمینه پلیمری برقرار می‌کنند و علاوه بر ایجاد یک کامپوزیت هوشمند، از رهاشدن نیکل که عنصری سمی و سرطان‌زا است [۱۷] جلوگیری می‌کنند. کامپوزیت‌های ساخته شده از این طریق به شرط تهیه شدن از پلیمرهای انعطاف‌پذیر مانند سیلیکون که زیست‌سازگاری مناسبی نیز دارند [۱۸] قابلیت استفاده در ساخت ماهیچه مصنوعی [۱۹] مانند اسفنکتر مصنوعی را دارند.

برای عملکرد مناسب، سیم‌های حافظه‌دار باید بتوانند بطور متناوب تغییر شکل دهند؛ لذا لازم است بتوانند حداقل دو شکل یکی در دمای پایین و دیگری در دمای بالا را بازیابی کنند. ساده‌ترین روش برای دستیابی به این مقصود، فعالگری با خاصیت حافظه‌داری یک‌طرفه همراه با استفاده از یک فنر بازگرداننده است. اما سرهم کردن چنین ابزارهای مشکلات تکنولوژیکی دارد. ایجاد خاصیت حافظه‌داری دوطرفه در آلیاژ NiTi از طریق تربیت کردن آلیاژ، یک راه‌حل چشمگیر است [۲۰].

حافظه‌داری دوطرفه به بازیابی خودبه‌خودی شکل‌های دمای پایین و دمای بالای آلیاژ طی استحاله فازی مارتنزیت (M) با ساختار کریستالی مونوکلینیک شبه پایدار در دمای پایین به آستنیت (A) با ساختار کریستالی CsCl پایدار در دمای بالا [۲۱] و بالعکس اطلاق می‌شود [۲۲]. بعد از فرآیندهای عملیات حرارتی و ساخت علاوه بر فازهای آستنیت و مارتنزیت، در برخی ترکیبات آلیاژی، فاز واسطی به نام R ایجاد می‌شود که ساختار کریستالی تری‌گونال دارد [۲۳-۲۵]. واژه R اولین حرف کلمه رمبوه‌درال است و با این پندار که فاز R چنین ساختار کریستالی دارد، به آن مشهور شد [۲۶-۲۹]. ساختار رمبوه‌درال زیرمجموعه ساختار کریستالی تری‌گونال است.

زمینه پلیمری کامپوزیت‌های پلیمر/فلز هوشمند را می‌توان با عملگرهای حافظه‌دار سیمی [۱] یا نواری [۲] تقویت کرد. همراه شدن خاصیت حافظه‌داری (مربوط به تقویت‌کننده‌های فلزی) با خاصیت ویسکوالاستیسیته (مربوط به زمینه پلیمری)، این کامپوزیت‌ها را برای جایگزینی بافت‌های بیولوژیکی آسیب‌دیده مانند ماهیچه‌ها مستعد می‌سازد.

آلیاژهای نیکل-تیتانیوم دارای کارایی لازم برای ساخت عملگرهای حافظه‌دار هستند [۳]. این آلیاژها به دلیل خواص منحصر به فرد حافظه‌داری، سوپرالاستیسیته [۴، ۵] و زیست‌سازگاری [۶]، کاربرد وسیعی در پزشکی [۷-۱۱] یافته‌اند. سیم‌های ارتودنسی [۱۲] از جمله مصارف پزشکی آلیاژهای NiTi است که خاصیت اصلاح‌کنندگی آنها در اثر اعمال نیروی ثابت ناشی از خاصیت سوپرالاستیسیته صورت می‌گیرد [۱۳].

سالیانه تعداد زیادی سیم ارتودنسی NiTi به علت همجواری با بزاق دهان طی دوره درمانی دچار خوردگی حفره‌ای شده [۱۳] و دور ریخته می‌شوند. استفاده مجدد از این سیم‌ها با همان کاربرد به دلیل کاهش زیست‌سازگاری سیم مستعمل منطقی به نظر نمی‌رسد. همچنین کاربرد مجدد سیم‌های ارتودنسی از دیدگاه مهندسی نیز خالی از اشکال نیست. تحقیقات نشان می‌دهد که خاصیت سوپرالاستیسیته سیم‌ها بعد از یک‌بار مصرف کاهش می‌یابد [۱۴] و در نتیجه میزان نیروی اعمالی از طرف سیم برای حرکت دندان‌ها کم می‌شود [۱۵].

تحقیقات قبلی نشان می‌دهد که انجام عملیات آنیل انحلالی برای حفظ خاصیت سوپرالاستیسیته کارگشا نیست [۱۶]. اما می‌توان با تغییر کاربری این سیم‌ها به سیم‌های حافظه‌دار، از آنها به‌منزله عملگرهای حرارتی استفاده کرد. این راه‌حل سبب بازیابی سیم‌های مستعمل و کاهش هزینه مواد مصرفی

قرار گرفتند و در کوره حاوی اتمسفر معمولی یکی در دمای 1000°C و دیگری در 850°C به مدت ۱ ساعت آنیل و سپس در آب سرد شدند. نمونه های آنیل شده در 1000°C ، در دماهای 350 ، 400 ، 450 و 500°C به مدت ۴ ساعت پیر شده و سپس در آب سرد شدند. سایر نمونه ها در دمای 400°C به مدت ۴، ۸ و ۲۰ ساعت پیر شدند. پیر کردن همه نمونه ها تحت نیرو و در قالب فولادی انجام شد. قالب فولادی مورد استفاده از سنه و ماتریسی به شعاع انحنا 18mm تشکیل شده بود که کرنشی در حدود $2/7\%$ به سیم اعمال می کند. قالب قبل از قرارگیری در کوره با فویل آلومینیومی پوشانده شده تا از میزان اکسیژن جذب شده در آلیاژ حین حرارت دادن کاسته شود.

مقاومت الکتریکی سیم ها با یک دستگاه میکرواهم متر (واقع در پژوهشگاه مواد و انرژی) اندازه گیری شد. نمودارهای مقاومت الکتریکی دما برای هر نمونه با وارد نمودن اطلاعاتی مانند سطح مقطع سیم (A) و طول آن (L) با استفاده از دستگاه مذکور رسم شد. برای این منظور ابتدا سیم داخل محفظه شیشه ای دستگاه قرار گرفت و سپس با اعمال جریان (I)، اختلاف ولتاژ بین دو سر سیم (V) اندازه گرفته شد تا از نرم افزار متصل به دستگاه در هر دما، مقاومت الکتریکی (ρ) از رابطه (۱) تعیین شود:

$$\rho = (V/I)(A/L) \quad \text{رابطه (۱)} \quad [30]$$

محفظه شیشه ای حاوی نمونه برای رسیدن به دماهای بالا داخل بشر آب با دستگاه گرمادهنده (هیتر) حرارت دید و برای کاهش دمای نمونه به دمای کمتر از محیط از نیتروژن مایع استفاده شد. صحت نتایج نمودار مقاومت الکتریکی دما با انجام آزمون DSC بر روی سیم خام و آنیل شده و مقایسه نتایج ارزیابی شد. برای این منظور از دستگاه DSC-NETSCH ساخت آلمان استفاده شد. گرم و سرد کردن نمونه با سرعت $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ انجام شد. نمونه ها در هر دو روش ابتدا از دمای

اثر حافظه داری دوطرفه از جوانه زنی و رشد مرجح واریانت های مارتنزیتی هدایت شده توسط تنش های داخلی نشئت می گیرد [۲۲]. این خاصیت با روش های مختلف در اثر تربیت های خاص ترمومکانیکی در برخی از آلیاژهای حافظه دار ایجاد می شود [۲۲، ۳۰، ۳۱].

ترکیب شیمیایی و روش آنیل کردن دو پارامتر اثرگذار بر خاصیت حافظه داری دوطرفه است [۲۰]. تحقیقات متعدد نشان داده است که ترکیبات هم اتم یا غنی از نیکل آلیاژهای Ni-Ti بعد از یک عملیات حرارتی مناسب مانند پیری تحت نیرو [۳۱] قابلیت ایجاد خاصیت دوطرفه را دارند. این فرآیند طی پژوهش حاضر برای تغییر کاربری سیم های سوپرالاستیک به عملگرهای حرارتی با خاصیت حافظه داری دوطرفه به کار رفته است.

اثر پیری بر دماهای استحاله فازی دمای M_s (شروع استحاله مارتنزیتی)، M_f (پایان استحاله مارتنزیتی)، A_s (شروع استحاله آستنیتی) و A_f (پایان استحاله آستنیتی) با روش های متفاوتی قابل بررسی است. اندازه گیری مقاومت الکتریکی از جمله این روش هاست. این روش یکی از دقیق ترین و بهترین روش ها برای شناسایی استحاله های فازی انجام شده در اثر حرارت و القاء تنش است [۲۷-۲۹، ۳۲، ۳۳]. در این پژوهش، مزایای مقاومت سنجی نسبت به DSC با بهره گیری از یک دستگاه ER ساخت داخل، مورد ارزیابی عینی شده است.

۲- نحوه انجام آزمایش

نمونه های سوپرالاستیک NiTi با ترکیب $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ از سیم های ارتودنسی دارای سطح مقطع $0.63 \times 0.43 \text{mm}^2$ ساخت شرکت MIB فرانسه انتخاب شدند. نمونه های صاف تهیه شده از سیم ها در دو آمپول کوآرتزی با خلأ 10^{-3}Pa / ۳۳

R، افزایش یافت. منحنی حاصل حین استحاله فاز R به M تغییر شیب یافت [۳۵]. دماهای استحاله با رسم خطوط مماس بر منحنی‌های همجوار با شیب‌های مختلف و یافتن محل تقاطع آنها تعیین شد. این روش به‌وضوح در شکل ۲ [۲۷] آمده است. دماهای استحاله در شکل ۱ با خطوط عمودی نمایش داده شده و مقادیر عددی آنها در جدول ۱ گزارش شده است. مطابق شکل ۱، آنیل انحلالی در هر دو دما باعث کاهش دماهای استحاله شده است. این کاهش در مورد دماهای A_s و A_f ناچیز است.

همان‌طور که از منحنی‌های حاصل از دو روش آشکار است، ساختار آلیاژ اولیه در دماهای کمتر از 36°C - کاملاً مارتنزیتی است؛ اما با افزایش دما، فاز واسطه R و سپس آستنیت در ساختار آلیاژ ظاهر می‌شود. ظهور فاز R در نمودار مقاومت الکتریکی دما را می‌توان از روی تغییر شیب نمودار و ایجاد شکل کلاه‌مانند [۲۷] تشخیص داد. این فاز در منحنی DSC (شکل ۱ الف) نیز با ایجاد یک پیک نشان داده شده است. ناهمگن بودن ریزساختار زمینه یکی از دلایل حضور دو پیک در منحنی‌های سردکردن و گرم‌کردن طیف DSC (حضور فاز R در هر دو سیکل) است [۳۶].

تعیین دماهای A_s و R_f از روی منحنی DSC آلیاژ خام به دلیل روی هم افتادن پیک‌های مربوط دقیق نیست. همچنین آنیل کردن نمونه یا همگن‌سازی ریزساختار، حضور فاز واسطه را در سیکل سردکردن کمرنگ‌تر می‌کند. شکل‌های ۱ ب و ۱ ج این اثر را در مورد نمونه‌های آنیل شده نشان می‌دهد. لذا شناسایی فاز R و دماهای شروع و پایان استحاله آن در طیف DSC گرفته‌شده از آلیاژهای آنیل شده مشکل و تقریباً غیرممکن به نظر می‌رسد. روش اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی در مواردی که روش DSC ناممکن است، به‌ویژه در شناسایی فاز R دقیق‌تر عمل می‌کند. نتایج این دو روش در بقیه موارد با هم هماهنگی کامل دارند (جدول ۱). این هماهنگی کارکرد

محیط تا دمای 80°C - سردشدند و سپس تا 80°C گرم شدند و در مرحله سردکردن تا 80°C - سرد شدند.

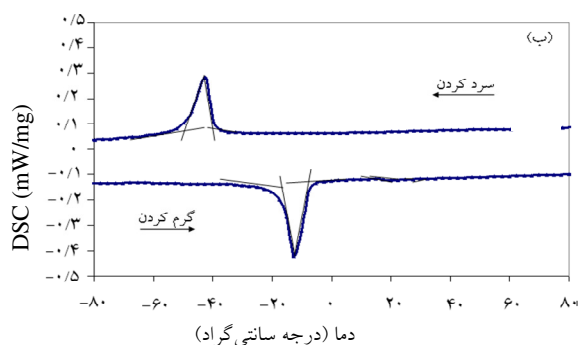
سطح مقطع نمونه‌ها برای بررسی ریزساختار آلیاژ بعد از ماندن شدن، با کاغذهای سنباده و دستگاه پولیش آینه‌ای شد و سپس با محلول $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{H}_2\text{O}$ به مدت ۴۵ s اچ شد تا با میکروسکوپ نوری Olympus مدل CK40M مورد مطالعه قرار گیرد.

۳- نتایج و بحث

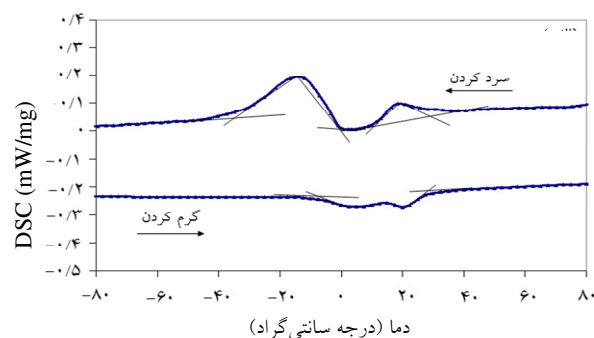
نمودارهای حاصل از روش DSC برای نمونه‌های خام و آنیل شده در دو دمای متفاوت 850°C و 1000°C در شکل ۱ الف-ج آمده است. برای تعیین دماهای استحاله از قله پیک‌ها بر دامنه‌های آنها مماس‌هایی رسم شده است. محل تقاطع این مماس‌ها با ادامه خطوط قبل یا بعد از پیک بیانگر دماهای تغییر حالت است [۳۴].

مقاومت الکتریکی سیم ارتودنسی خام و آنیل شده در دماهای 850°C و 1000°C در محدوده دمایی 80°C - تا 80°C هنگام گرم‌کردن و سردکردن اندازه‌گیری شد. نتایج به‌صورت دو منحنی (سیکل سردکردن و سیکل گرم‌کردن) برحسب تابعی از دما در شکل ۱ د و آمده است. دماهای شروع و پایان تشکیل هر سه فاز M ، A و R در هر دو سیکل با استفاده از منحنی مقاومت الکتریکی/دما تعیین شد.

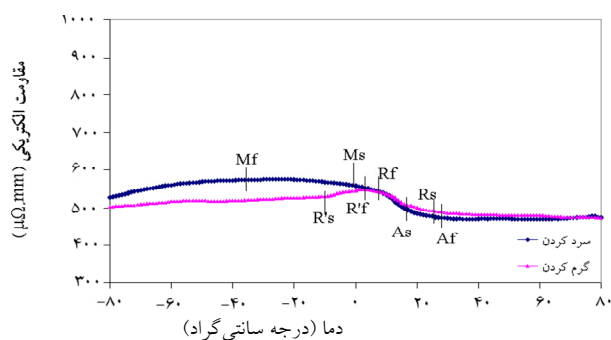
مقاومت الکتریکی آلیاژ با بالا رفتن دما (سیکل گرم‌کردن) افزایش یافت. شدت این افزایش با شروع استحاله R از M بیشتر شد و در دمای اتمام استحاله فاز R به حداکثر خود رسید. سپس این روند معکوس شد و مقاومت الکتریکی در دمای A_f به کمترین مقدار خود رسید. همین‌طور با کاهش دما مقاومت الکتریکی کم شد، به‌طوری‌که با شروع تبدیل فاز A به



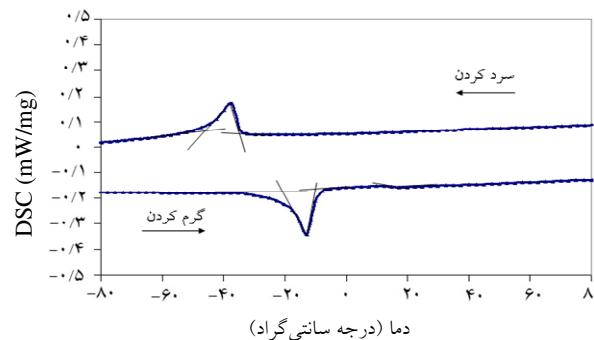
(ب)



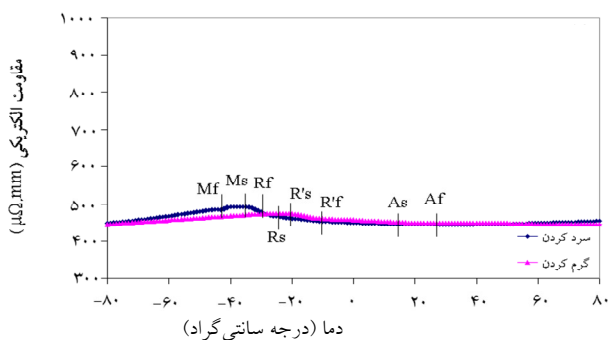
(الف)



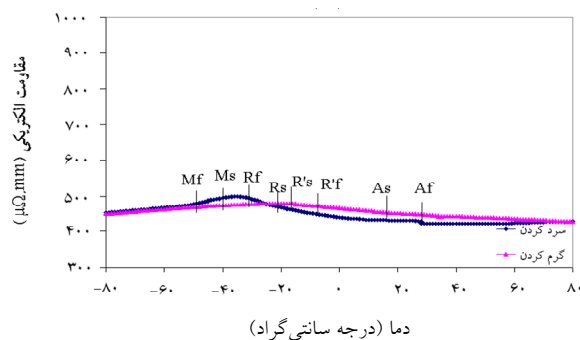
(د)



(ج)



(و)

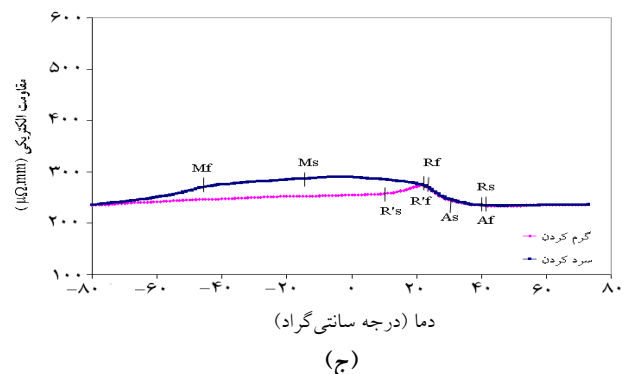
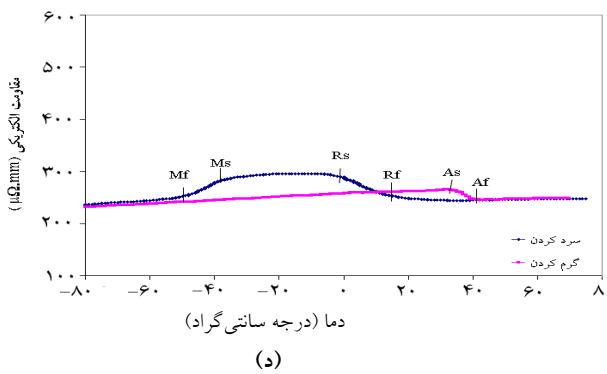
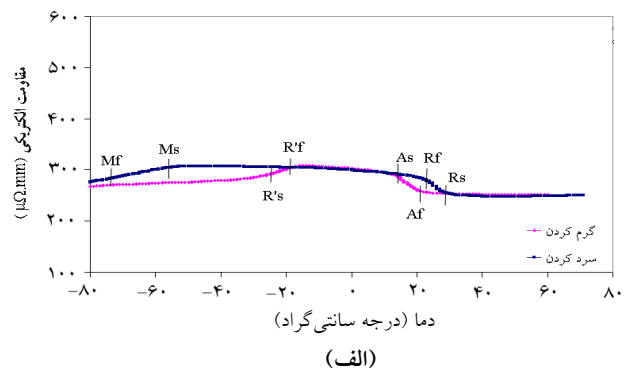
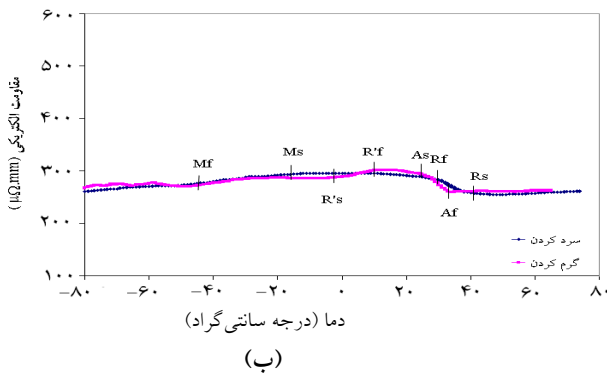


(ه)

شکل ۱. نمودارهای DSC نمونه‌های الف. خام، ب. آنیل شده در 850°C ، ج. آنیل شده 1000°C و نمودارهای حاصل از سنجش مقاومت الکتریکی نمونه‌های د. خام، ه. آنیل شده در 850°C و و. آنیل شده در 1000°C .

500°C به مدت ۴ ساعت پیر شده‌اند در شکل ۲ آمده است. جدول ۲ دماهای شروع و پایان تشکیل فازهای مختلف برحسب دمای پیری را نشان می‌دهد. پیرکردن قطعه دماهای استحاله را افزایش داده است. این دماها با افزایش دمای پیری

صحیح دستگاه سنجش مقاومت الکتریکی را تأیید می‌کند. نمودارهای مقاومت الکتریکی برحسب دما برای نمونه های آلیاژی که بعد از گذراندن یک مرحله آنیل انحلالی در دمای 1000°C به مدت ۱ ساعت در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و



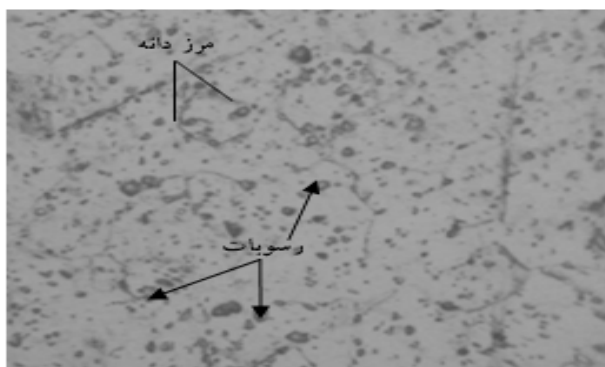
شکل ۲. نمودار مقاومت الکتریکی/دمای سیم های پیر شده به مدت ۴ ساعت در دمای الف. ۳۵۰°C، ب. ۴۰۰°C، ج. ۴۵۰°C و د. ۵۰۰°C

جدول ۱. دمای استحاله (°C) نمونه های خام و آنیل شده در دو دمای ۸۵۰°C و ۱۰۰۰°C.

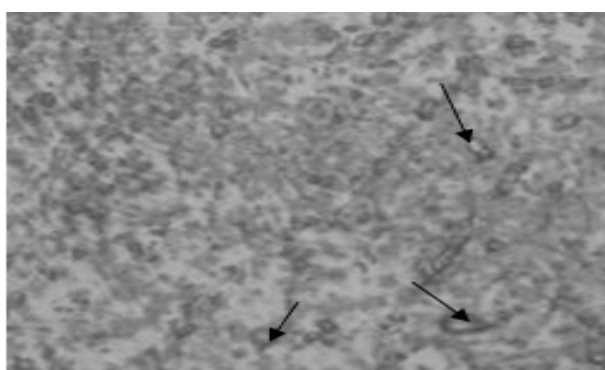
نمونه	تست	M _f	M _s	R _f	R _s	R' _s	R' _f	A _s	A _f
خام	DSC	-۳۶	-۱	۱۰	۲۸	-۹	-	-	۲۹
خام	ER	-۳۵	۰	۹	۲۶	-۹	۱	۱۷	۲۹
آنیل شده در ۸۵۰°C	DSC	-۵۰	-۴۰	-	-	-۱۵	-۸	۱۷	۲۷
آنیل شده در ۸۵۰°C	ER	-۵۰	-۴۰	-۳۲	-۲۱	-۱۵	-۸	۱۶	۲۸
آنیل شده در ۱۰۰۰°C	DSC	-۴۶	-۳۵	-	-	-۲۱	-۹	۱۵	۲۶
آنیل شده در ۱۰۰۰°C	ER	-۴۴	-۳۵	-۲۹	-۲۳	-۲۲	-۱۰	۱۴	۲۷

رسوب غنی از نیکل Ti_2Ni_3 می تواند در آلیاژهای با مقادیر بالای نیکل حضور داشته باشد. رسوبات $Ti_{12}Ni_{11}$ و Ti_7Ni_3 در زمینه آلیاژ با ساختار کریستالی B_2 ناپایدار بوده [۳۸، ۳۹] و با زمینه آستنیتی آلیاژ، همدوس نمی باشند [۴۰].

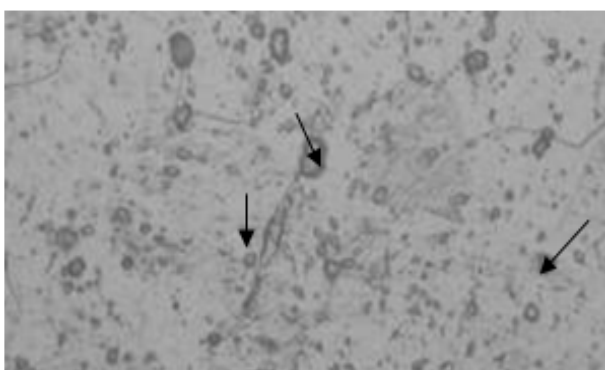
تا ۴۵۰°C روندی صعودی دارند؛ زیرا در این دماها رسوبات غنی از نیکل به ویژه در مرز دانه ها رشد می کنند و باعث فقیر شدن نیکل در زمینه آلیاژ می شود و بنابراین دماهای استحاله افزایش می یابد [۳۷].



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۳. تصاویر میکروسکوپ نوری ریز ساختار آلیاژ پیر شده در دماهای الف. ۴۰۰، ب. ۴۵۰ و ج. ۵۰۰ درجه سانتی گراد.

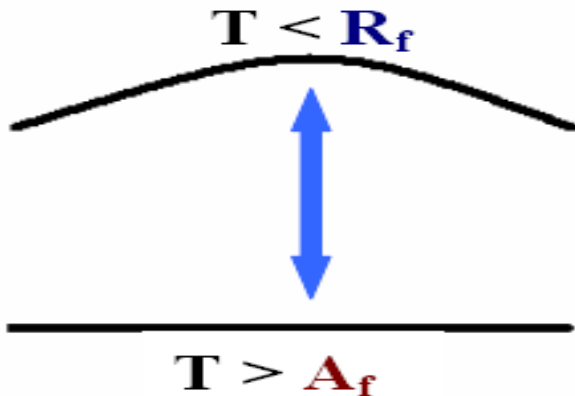
رسوبات بزرگتر می‌شوند تا حدی که اندازه آنها از مقدار بحرانی گذشته و در نتیجه کوهرنسی خود با زمینه را از دست

جدول ۲. دماهای استحاله سیم‌های آنیل شده در 1000°C به مدت ۴ ساعت در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و 500°C .

دمای پیر شدن ($^{\circ}\text{C}$)	M_s	M_f	R_s	R'_s	R_f	R'_f	A_s	A_f
۳۵۰	-۷۴	-۵۶	۲۲	۲۸	-۲۷	-۱۷	۱۵	۲۶
۴۰۰	-۴۴	-۱۸	۲۸	۴۰	-۳	۱۱	۲۸	۳۵
۴۵۰	-۴۲	-۱۴	۲۹	۴۲	۱۲	۲۱	۳۰	۴۳
۵۰۰	-۴۸	-۳۸	-۲	۱۲	-	-	۳۳	۳۹

لذا به Ti_3Ni_4 تبدیل می‌شوند. این رسوبات در کمتر از ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به صورت ذرات ریز و پراکنده در حجم ماده حضور داشته و معمولاً دارای بیشترین کوهرنسی با زمینه هستند [۴۱]. کوهرنسی بالای رسوبات با زمینه توأم با افزایش دانسیته عیوب [۴۲]، میدان‌های تنش اطراف رسوبات و اصطکاک داخلی در آلیاژ است [۴۳]. هرچه میزان عیوب کریستالی مانند عیوب نقطه‌ای و خطی افزایش یابد مقاومت الکتریکی نیز افزوده می‌شود [۴۴].

شکل ۳ تصویر میکروسکوپ نوری قطعات سیمی که در دماهای مختلف ۴۰۰، ۴۵۰ و 500°C به مدت ۴ ساعت پیر شده‌اند را نشان می‌دهد. محل رسوبات در شکل با فلش نمایش داده شده است. با افزایش دمای پیری از ۴۰۰ به 450°C ، رسوبات درشت شده و پراکندگی و کوهرنسی آنها کاهش می‌یابد [۴۱] (شکل‌های ۳-الف و ۳-ب را با هم مقایسه کنید). بزرگتر شدن رسوبات و همچنین بیشتر شدن فاصله آنها از هم موجب افزایش دماهای استحاله مارتنیتی می‌شود [۴۳]. اما همان‌طور که در جدول ۲ نمایان است، دماهای استحاله با افزایش دمای پیری به 500°C کاهش پیدا می‌کند. در این دما،



شکل ۴. تصویر خاصیت حافظه‌داری دو طرفه ایجاد شده در سیم.

دمای 450°C برای ساخت عملگرهای ماهیچه مصنوعی مناسب‌اند.

لازم به ذکر است که ساخت کامپوزیت سیم‌های ارتودنسی/سیلیکون توسط نویسندگان این مقاله در مرجع [۴۷] گزارش شده است. زمینه پلیمری کامپوزیت حاوی این عملگرها می‌تواند از سوختن احتمالی بافت‌های اطراف در دمای بالاتر از 42°C جلوگیری کند.

نمودارهای مقاومت الکتریکی-دما برای نمونه‌هایی که بعد از گذراندن یک مرحله آنیل انحلالی در دمای 850°C مدت ۱ ساعت در دمای 400°C به مدت ۴، ۸ و ۲۰ ساعت پیر شده‌اند در شکل ۵ آمده است. دماهای استحاله نمونه‌های فوق نیز در جدول ۳ آمده است.

زمان پیری، یکی دیگر از پارامترهای مؤثر بر دماهای استحاله و سختی آلیاژ است. مشاهدات تجربی نشان داده است که با افزایش زمان پیری، نیروی لازم برای خم و راست کردن سیم‌ها کم شده و انعطاف پذیرتر می‌شوند [۴۵].

پیرکردن آلیاژی با ترکیب مشابه به مدت ۴ ساعت باعث می‌شود تا بیشترین کوهرنسی میدان‌های تنش ناشی از کوهرنسی بالای رسوب‌های Ti_3Ni_4 ، اتفاق بیافتد [۴۶، ۴۰].

می‌دهند (شکل ۳-ج). بدین ترتیب با افزایش فاصله رسوبات از هم (مقایسه شکل ۳-الف و ۳-ج)، زمینه در مقابل تشکیل فاز مارتنزیت مقاومت نسبتاً کمتری نشان می‌دهد [۴۳]. در نتیجه دماهای استحاله کاهش می‌یابد. حضور عیوب کریستالی مانند نابجایی‌ها می‌تواند باعث تسهیل در تشکیل فاز R شود. با افزایش دمای پیری، دانسیته نابجایی‌ها کاهش می‌یابد. علت محو شدن فاز R می‌تواند در اثر حذف تنش داخلی در اثر تبلور مجدد دانه‌ها باشد. این فاز بیشتر در مناطق با تمرکز تنش داخلی جوانه زنی می‌کند. با افزایش دمای پیری، تراکم نابجایی‌ها و در نتیجه تنش داخلی کاهش می‌یابد [۲۷].

مطالعات نشان داده است که استحاله فاز R که همراه با ناموزونی شبکه کریستالی است بر خواص حافظه‌داری و سوپراالاستیسیته تأثیر می‌گذارد. تفاوت این استحاله با استحاله مارتنزیتی در این است که میزان کرنش قابل بازیابی حدود ۳٪ است. این در حالی است که در استحاله مارتنزیتی این میزان حتی به ۱۰٪ هم می‌رسد [۴۲]. هنگامی که استفاده از اثر حافظه‌داری در مصارف پزشکی مدنظر باشد، پایداری این اثر در بارگذاری‌های سیکلی (عمر خستگی) اهمیت می‌یابد. نتایج نشان داده است که عمر خستگی برای فاز R در مقایسه با فاز M بیشتر است [۴۳].

در این مقاله، خاصیت حافظه‌داری دوطرفه آلیاژ که یکی از خصوصیات لازم برای کاربرد در ساخت عملگرهای پزشکی است، بعد از پیرسازی سیم‌ها مشاهده شد. شکل ۴ این اثر در مورد نمونه‌هایی که دمای استحاله فاز R بالاتری دارند را نشان می‌دهد. سیم‌ها در دمای کمتر از M_f به شکل خمیده است؛ ولی با افزایش دما به حدود A_f صاف می‌شوند و با سرد شدن تا حدود R_f به دلیل کرنش پایین‌تر از ۳٪ به شکل خمیده درمی‌آیند. از این خصوصیات می‌توان برای ساخت گیره‌های پزشکی و نیز ساخت ماهیچه‌های مصنوعی استفاده کرد.

دماهای پیری 400°C و 450°C با توجه به دماهای استحاله گزارش شده در جدول ۲ برای ساخت گیره‌های پزشکی و

افزایش زمان پیری از ۴ به ۸ و ۲۰ ساعت، کوه‌رنسی این رسوبات را از بین می‌برد و دماهای استحاله را تغییر می‌دهد. با افزایش زمان پیری و توزیع ناهمگن رسوبات در زمینه و رشد آنها، میدان‌های ناهمگن و وسیع تنش در آلیاژ ایجاد می‌شود. زمان بالاتر پیری باعث رشد رسوبات غنی از نیکل می‌شود و درصد تیتانیوم غنی آلیاژ را زیاد می‌کند و لذا دماهای استحاله افزایش می‌یابد [۳۷]. نتایج جدول ۳ تأییدکننده این موضوع است.

نمونه‌های پیرشده در زمان‌های ۸-۲۰ ساعت برای استفاده در بدن برای عملکرد ماهیچه‌های مصنوعی مناسب‌تر است. علاوه بر داشتن از خاصیت حافظه‌داری دو طرفه، دماهای متناسب برای این کاربرد خاص را نیز دارند. تمام زمان‌های ذکرشده برای ساخت گیره‌های پزشکی مناسب‌اند.

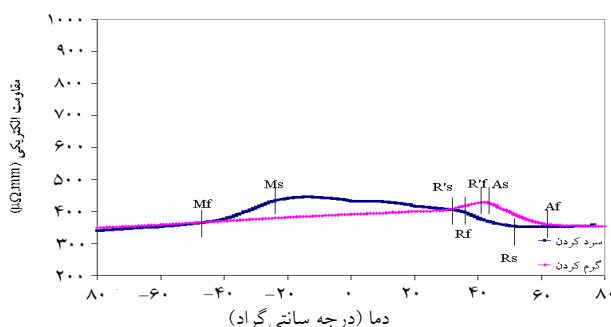
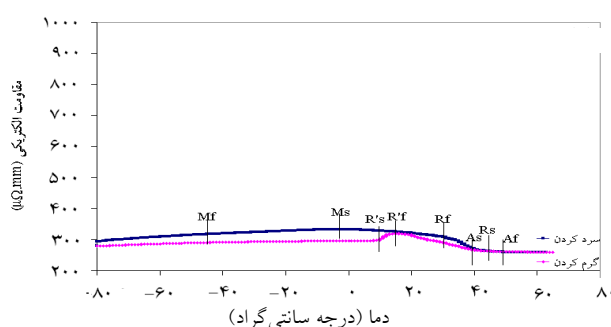
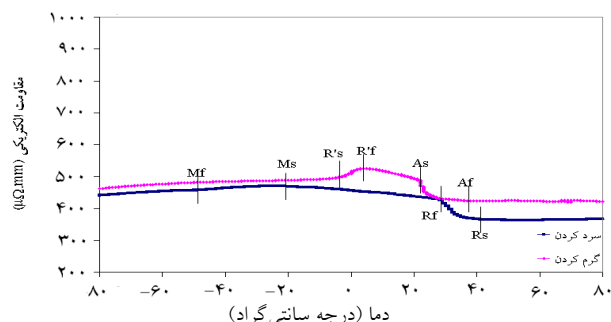
مقایسه بین نمونه‌های پیرشده در دمای 400°C به مدت ۴ ساعت با دماهای آنیل انحلالی متفاوت بیانگر این مطلب است که نمونه با دمای آنیل بالاتر در بیشتر موارد دماهای استحاله بالاتری به خود اختصاص داده است.

۴- نتیجه‌گیری

- آزمایش‌های انجام‌شده نشان‌دهنده هماهنگی بین نتایج روش‌های DSC و اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی است. چه بسا در بعضی موارد مثل شناسایی دماهای شروع و پایان استحاله فاز R مقاومت الکتریکی کارایی بهتری از خود نشان می‌دهد.

- آنیل کردن سیم ارتودنسی، دماهای استحاله آن را کاهش می‌دهد و درصد فاز R در آلیاژ کمتر می‌شود.

- پیرکردن تحت نیروی آلیاژ برای خمیدن سیم‌ها، دماهای استحاله را افزایش می‌دهد. این افزایش با صعود دمای



شکل ۵. نمودار مقاومت الکتریکی/دمای سیم‌های پیرشده در دمای 400°C به مدت الف. ۴، ب. ۸ و ج. ۲۰ ساعت.

جدول ۳. دماهای استحاله سیم‌های آنیل شده در 850°C و پیرشده به مدت زمان‌های ۴، ۸ و ۲۰ ساعت در دمای 400°C .

زمان پیرشدن (ساعت)	M_f °C	M_s °C	R_f	R_s	R'_s	R'_f	A_s	A_f
۴	-۵۰	-۲۱	۲۹	۴۰	-۳	۳	۲۲	۳۷
۸	-۵۰	-۴۰	۳۱	۴۵	۱۰	۱۶	۴۰	۵۰
۲۰	-۴۷	-۲۵	۳۶	۵۱	۳۲	۴۲	۴۴	۶۲

- Alloy After Two Years Implantation”, *Materials Science and Engineering C.*, Vol. 27 Issue 1 (2007) 122-126.
7. Kugala, S., Ryhanen, J., Jamsa, T., Danilov, A., Saarinen, J., Pramila, A. and Tuukkanen, J., “Bone Modeling Controlled by A Ni-Ti Shape Memory Alloy Intramedullary Nail”, *Biomaterials*, Vol. 23 Issue 12 (2002) 2535-2543.
 8. Takashi, M., Toshiaki, M., Yushiyuki, W., Seiya, K., Youichi, H. and Masayoshi, E., “An Active Guide Wire With Shape Memory Alloy Bending Actuator Fabricated by Room Temperature Process”, *Sensors and Actuators A.*, Vol. 97-98 (2002) 632-637.
۹. س.خ. صدر نژاد، س. ت. نعیمی، م. فتحی و ن. حسن زاده نعمتی، “تاثیر زاویه خم شدگی بر عملکرد بست‌های حافظه دار در کاربردهای پزشکی”، *مجموعه مقالات هشتمین کنگره مهندسی متالورژی، مهر ماه (۱۳۸۳)*.
10. Nah, S.K. and Zhong, Z.W., “A Microgripper Using Piezoelectric Actuation for Micro-Object Manipulation”, *Sensors and Actuators A Physical*, Vol. 133 No. 1 (2007) 218-224.
 11. Iijima, M., Ohno, H., Kawashima, I., Endo, K. and Misoguchi, I., “Mechanical Behavior at Different Temperatures and Stresses for Superelastic Nickel-Titanium Orthodontic Wires Having Different Transformation Temperatures”, *Dental Materials*, Vol. 18 Issue 1 (2002) 88-93.
 12. Wang, J., Li, N., Han, E. and Ke, W., “Effect of PH, Temperature and Cl Concentrations on Electrochemical Behavior of Niti Shape Memory Alloy in Artificial Saliva”, *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, Vol. 17 No. 10 885-890.
۱۳. س.خ. صدرنژاد، ا.ح. قریشی و س. توایی، “تاثیر خمش بر ابرکشسانی و مورفولوژی چهار نوع سیم ارتودنسی تجاری از جنس نیکل-تیتانیوم”، *فصلنامه مهندسی پزشکی زیستی، زمستان (۱۳۸۳)*، جلد ۱ شماره ۲ صفحات ۱۸۱-۱۹۲.
۱۴. م. حجاج فتحعلیان، م. نیلی احمد آبادی و همکاران “بررسی خاصیت سوپرالاستیسیته سیم ارتودنسی Niti با استفاده از خمش سه نقطه ای به کمک مدل شبیه سازی شده با دهان”، *نشریه دانشکده فنی، شهرپور (۱۳۸۷)*، دوره ۴۲ شماره ۵ صفحات ۶۳۱-۶۴۷.
۱۵. ج.خلیل علاقی، ر.حداد بدر و ب.امین احمدی، “بررسی رفتار سوپرالاستیک سیم های ارتودنسی مختلف از جنس نیکل-تیتانیوم”، *چهاردهمین کنفرانس مهندسی پزشکی، (۱۳۸۶)*.
16. El Meduar, L., Rocher, P., Hornez, J.C., Traisnel M., Breme, J. and Hildbrand, H.F.; “Electrochemical and Cytocompatibility Assessment of Nitinol Shape Memory Alloy for Orthodontic Use”, *Biomolecular Engineering*, Vol. 19 Issues 2-6 (2002) 153-160.
 17. Khorasani, M.T., Mirzadeh, H. and Kermani, Z., “Wettability of Porous Polydimethylsiloxane Surface: Morphology Study”, *Applied Surface Science*, Vol. 242 Issues 3-4 (2005) 339-345.
 18. Safak, K. and Adams, G., “Modelling and Simulation of an Artificial Muscle and its Application to Biomimetic
- پیری تا حدود 450°C روندی رو به رشد دارد؛ اما با افزایش دما که همراه با کاهش پراکندگی و کم شدن کوهرنسی رسوبات غنی از نیکل موجود در زمینه است، رشد رسوبات، افزایش میدان‌های تنش داخلی و کاهش تمرکز تنش با روند معکوس ادامه می‌یابد.
- افزایش زمان پیری به افزایش دماهای استحاله منجر می‌شود.
 - حافظه‌داری دوطرفه دوائر فرآیند پیرسازی تحت نیرو در سیم‌های سوپرالاستیک تحت آزمایش ایجاد شد که در مصارف پزشکی مانند عملگرهای حرارتی از جمله ماهیچه مصنوعی ضروری به نظر می‌رسد.

مراجع

1. Law, K.T., Chan, A.W.K., Shi, S.Q. and Zhou, L.M., “Debond Induced by Strain Recovery of an Embedded Niti Wire at a Niti/Epoxy Interface: Microscale Observation”, *Materials and Design*, Vol. 23 Issue 3 (2002) 265-270.
2. Neuking, k., Abu-Zarifa, A. and Egler, G., “Surface Engineering of Shape Memory Alloy/Polymer-Composites: Improvement of The Adhesion Between Polymers And Pseudoelastic Shape Memory Alloys”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 481-482 (2008) 606-611.
3. Koray, K., George, G. and Adams, S., “Modeling and Simulation of an Artificial Muscle and Its Application to Biomimetic Robot Posture Control”, *Robotics and Autonomous Systems*, Vol. 41 Issue 4 (2002) 225-243.
4. Favier, D., Liu, Y., Orgeas, L., Sandel, A. and Debove, L., “Comte-Gaz,P.; Influence of Thermomechanical Processing on The Superelastic Properties of a Ni-Rich Nitinol Shape Memory Alloy”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 429 No. 1-2 (2006) 130-136.
5. Poon, R.W.Y., Yeung, K.W.K., Liu, X.Y., Chu, P.K., Chung, C.Y., Lu, W.W., Cheng, K.M.C. and Chon, D., “Carbon Plasma Immersion Ion Implantation of Ni-Ti Shape Memory Alloys”, *Biomaterials*, Vol. 26 No. 15 (2005) 2265-2272.
6. Li, C.Y., Yang, X.J., Zhang, L.Y., Chen, M.F. and Cui, Z.D., “In Vivo Histological Evaluation of Bioactive Niti

- the Effect of Thermal Cycling under Constant Stress on R-Phase in Niti Shape Memory Alloy”, *Physica B.*, Vol. 324 Issues 1-4 (2002) 419-428.
32. Matsumoto, H., “Irreversibility in Transformation Behavior of Equiatomic Nickel-Titanium Alloy by Electrical Resistivity Measurement”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 368 Issues 1-2 (2004) 182-186.
 33. Pattabi, M., Ramakrishna, K. and Mahesh, K.; “Effect of Thermal Cycling on the Shape Memory Transformation Behavior of Niti Alloy: Powder X-Ray Diffraction Study”, *Materials Science And Engineering A.*, Vol. 448 (2007) 33-38.
 34. Antonucci, V., Faiella, G., Giordano, M., Mennella, F. and Nicolais, L., “Electrical Resistivity Study and Characterization during Niti Phase Transformations”, *Thermochimica Acta*, Vol. 462 (2007) 462.
 35. Otubo, J., Rigo, O.D., Coelho, A.A., Neto, C.M. and Meib, P.R.; “The Influence of Carbon and Oxygen Content on the Martensitic Transformation Temperatures and Enthalpies of Niti Shape Memory Alloy”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 481-482 (2008) 639-642.
 36. Khalil-Allafi, J., Eggeler, G., Dlouhy, A., Schmahl, W.W. and Somsen, Ch., “On the Influence of Heterogeneous Precipitation on Martensitic Transformations in a Ni-Rich Niti Shape Memory Alloy”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 378 (2004) 148-151.
 37. Nishida, M. and Wayman, C.M.; “Electron Microscopy Studies of Precipitation Processes in Near-Equiatomic Tini Shape Memory Alloys”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 94 (1987) 191-203.
 38. Nishida, M. and Wayman C.M., “Electron Microscopy Studies of the $Ti_{11}Ni_{14}$ Phase in an Aged Ti-50.2 at% Ni Shape Memory Alloy”, *Scripta Metal*, Vol. 19 (1985) 19 983-985.
 39. Jiang, F., Zheng, Y., Yang, H. and Liu, Y., “Cyclic Ageing of Ti-50.8 at.% Ni Alloy”, *Intermetallics*, Vol. 16 Issue 3 (2008) 394-398.
 40. Kim, J.I., Liu, Y. and Miyazaki, S., “Ageing-Induced Two-Stage R-Phase Transformation in Ti-50.9 %At. Ni”, *Acta Materialia*, Vol. 52 Issue 2 (2004) 487-499.
 41. Zarinejad, M., Liu, Y. and Tong, Y., Transformation Temperature Changes Due to Second Phase Precipitation in Niti-Based Shape Memory Alloys, *Intermetallics*, Vol. 17 Issue 11 (2009).
 42. Peltonen, M., Lindroos, T. and Kallio M., “Effect of Aging on Transformation Kinetics and Internal Friction of Ni-Rich Ni-Ti Alloys”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 460 No. 1-2 (2008) 237-245.
 43. Uchil, J., “Shape Memory Alloys-Characterization Techniques”, *Journal of Physics*, Vol. 58 No. 5-6 (2002) 1131-1139.
 44. Ling, H.C. and Kaplow, R., 11:77 Sited By Otsuka K.; Introduction to the R-Phase Transition.
 45. Sadrnezhad, S.K., Hassanzadeh Nemat, N. and Bagheri, R.; “Improved Adhesion of Niti Wire to Silicone Matrix for Smart Composite Medical Robot Posture Control”, *Robotics and Autonomous Systems*, Vol. 41 No. 4 (2002) 225-243.
 19. Wang, Zh., Xiaotao, Z., Xiangdong, F. and Jingyi, D., “Effect of Thermomechanical Treatment on the Two Way Shape Memory Effect of Niti Alloy Spring”, *Materials Letters*, Vol. 54 Issue 1 (2002) 55-61.
 20. Hamming, L.M., Fan, X.W., Messersmith, P.B. and Brinson, L.C., “Mimicking Mussel Adhesion To Improve Interfacial Properties in Composites”, *Composite Science and Technology*, Vol. 68 Issue 9 (2008) 2042-2048.
 21. Wada, K. and Liu, Y., “Thermomechanical Training and Shape Recovery Characteristics of Niti Alloys”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 481-482 (2008) 166-169.
 22. Antonucci, V., Faiella, G., Giordano, M., Mennella F. and Nicolais, L., “Electrical Resistivity Study and Characterization during Niti Phase Transformations”, *Thermochimica Acta*, Vol. 462 Issues 1-2 (2007) 64-69.
 23. Fan, G., Zhou, Y., Cen, W., Yang, S., Ren, X. and Otsuka, K., “Precipitation of Ti_3Ni_4 in Polycrystalline Ni-Rich Tini Alloys and Its Relation to Abnormal Multi-Stage Transformation Behavior”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 438-440 (2006) 622-626.
 24. Khalil-Allafi, J., Schmahl, W. and Toebbens, D., “Space Group and Crystal Structure of the R-Phase in Binary Niti Shape Memory Alloys”, *Acta Materialia*, Vol. 54 Issue 12 (2006) 3171-3175.
 25. Goryczka T. and Morawiec H., “Structure Studies of the R-Phase Using X-Ray Diffraction Methods”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 367 Issues 1-2 (2004) 137-141.
 26. Uchil, J., Mahesh, K.K. and Ganesh Kumara, K., “Effect of Thermal Cycling on R-Phase Stability In a Niti Shape Memory Alloy”, *Materials Science And Engineering A.*, Vol. 332 Issue 1-2 (2002) 25-28.
 27. Matsumoto, H.; “Electrical Resistivity of Niti with High Transformation Temperature”, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 370 Issues 1-2 (2004) 244-248.
 28. Novak, V., Sittner, P., Dayananda, G.N., Braz-Fernandes, F.M. and Mahesh, K.K.; “Electric Resistance Variation of Niti Shape Memory Alloy Wires in Thermomechanical Tests Experiments and Simulation”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 481-482 (2008) 127-133.
 29. Ryklina, P.E., Prokoshkin, D.S., Khmelevskaya, I.Y. and Shakhmina, A.A., “One-Way and Two-Way Shape Memory Effect in Thermomechanically Treated Tini-Based Alloys”, *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 481-482 (2008) 134-137.
 30. Gyobu, A., Kawamura, Y., Horikawa, H. and Suburi, T., “Martensitic Transformation and Two-Way Shape Memory Effect of Sputter Deposited Ni-Rich Ti-Ni Alloy Films”, *Materials Science And Engineering A.*, Vol. 273-375 (1999) 749-753.
 31. Uchil, J., Mahesh, K.K. and Ganesh Kumara, K., “Electrical Resistivity and Strain Recovery Studies on

“Age-Induced Four-Stage Transformation in Ni-Rich Niti Shape Memory Alloys”; *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 458 Issues 1-2 (2008) 231-237.

Applications”, *Materials and Design*, Vol. 30 Issue 9 (2009) 1167-1172.
46. Chiang, L.J., Li, C.H., Hsu, Y.F. and Wang, W.H.,